

# Interview Summary

Application No.

09/508,866

Applicant(s) #12

HOTTNER, MARTIN

Examiner

Jenna-Leigh Befumo

Art Unit

1771

All participants (applicant, applicant's representative, PTO personnel):

(1) Jenna-Leigh Befumo.

(3) \_\_\_\_\_.

(2) Kevin Boland.

(4) \_\_\_\_\_.

Date of Interview: 27 May 2003.

Type: a) ☐ Telephonic b) ☐ Video Conference

c) ☒ Personal [copy given to: 1) ☐ applicant 2) ☒ applicant's representative]

Exhibit shown or demonstration conducted: d) ☐ Yes e) ☒ No.

If Yes, brief description: \_\_\_\_\_.

Claim(s) discussed: 1.

Identification of prior art discussed: JP 03-174051.

Agreement with respect to the claims f) ☐ was reached. g) ☐ was not reached. h) ☒ N/A.

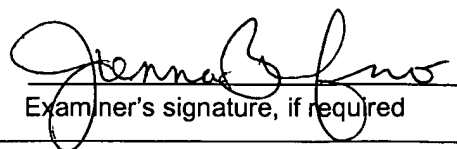
Substance of Interview including description of the general nature of what was agreed to if an agreement was reached, or any other comments: Applicant presented proposed claims to correct 112 issues in the claims.

Discussed whether JP 03-174051 actually taught a breathable fabric and even if the fabric was breathable would JP-03-174051 suggest the recited waterproof seams. Examiner suggested that the Applicant point to specific passages in the reference which would show that the reference isn't breathable or that the seams wouldn't be waterproof as recited in the response.

(A fuller description, if necessary, and a copy of the amendments which the examiner agreed would render the claims allowable, if available, must be attached. Also, where no copy of the amendments that would render the claims allowable is available, a summary thereof must be attached.)

THE FORMAL WRITTEN REPLY TO THE LAST OFFICE ACTION MUST INCLUDE THE SUBSTANCE OF THE INTERVIEW. (See MPEP Section 713.04). If a reply to the last Office action has already been filed, APPLICANT IS GIVEN ONE MONTH FROM THIS INTERVIEW DATE TO FILE A STATEMENT OF THE SUBSTANCE OF THE INTERVIEW. See Summary of Record of Interview requirements on reverse side or on attached sheet.

Examiner Note: You must sign this form unless it is an Attachment to a signed Office action.

  
Examiner's signature, if required

## Verfahren und Vorrichtung zur Dekontamination von Polykondensaten

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Dekontamination von Polykondensaten, wie zum Beispiel PET, PBT, PEN oder PA nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1 sowie eine Vorrichtung zur Durchführung eines solchen Verfahrens. Verfahren und Vorrichtung finden insbesondere bei der Aufbereitung von gebrauchtem PET oder dergleichen, zum Beispiel von Getränkeflaschen Anwendung.

Gebrauchsgegenstände, wie zum Beispiel Getränkeflaschen aus PET sind bereits seit einigen Jahren in Anwendung und werden auch seit Jahren zur Wiederverwendung gesammelt, sortiert, zu Flakes zerkleinert und oberflächlich gereinigt. Bei PET-Flaschen ist bereits eine hohe Recycling-Quote zu verzeichnen. Die Sortierung kann sowohl manuell als auch maschinell unter Anwendung verschiedener optischer Verfahren erfolgen oder auch in die oberflächliche Reinigung integriert sein. Die oberflächliche Reinigung beinhaltet zumeist verschiedene Wasch- und Trennstufen und eine Zerkleinerung der PET-Getränkeflaschen zu Flakes. Oberflächlich gereinigte PET-Flakes aus PET-Flaschen können aber auch auf trocken-mechanischem Weg hergestellt werden.

Ursprünglich gingen Fachwelt und Zulassungsstellen davon aus, dass es nicht möglich sei, dieses gesammelte PET-Material (RPET) erneut der gleichen Verwendung (Getränkeflaschen) zuzuführen. Begründet wurde dies mit der Kontamination des RPET durch verschiedenste Stoffe, zum Beispiel Geträinkeinhaltsstoffe wie Aromen oder missbräuchlich in Flaschen gelagerten Substanzen wie Lösungsmittel oder Haushalts- und Gartengifte. Inzwischen ist jedoch erkannt, dass derartige Kontaminanten in der erforderlichen Weise entfernbar sind und es wurden verschiedene Verfahren hierzu entwickelt. Ausgangspunkt der Verfahrensentwicklungen war die Annahme, dass die Kontaminanten gleichmässig in die PET-Gegenstände eindringen. Dies führte dazu, dass vermischtes Produkt als Gesamtmasse einer Entgasung zugeführt wurde.

Bekannt ist ein so genanntes Stehning-Verfahren, bei dem PET-Flakes als Endprodukt bisheriger Recycling-Methoden die Ausgangsbasis bilden. Diese Flakes werden in ei-

nem Extruder in differenzierten Zonen in einem vorgegebenen Temperaturbereich extrudiert, entgast und anschliessend granuliert. Dabei soll der Hauptbestandteil flüchtiger Nebenprodukte bzw. Kontaminate eliminiert werden. Im Produkt verbleibende Restkontamination wird mittels einer Feststoff-Nachkondensation (SSP) abgebaut. Im Vakuum-Taumeltrockner soll ein schonendes und gleichmässiges Mischen erreicht werden. Der Verfahrensablauf erfolgt diskontinuierlich.

Nach einem weiteren Verfahren wird PET in einem Arbeitsvorgang in einem Schneidverdichter im Vakuum zerkleinert, gemischt, erwärmt und vorverdichtet. Dem folgt ein extrudieren und entgasen, wobei auf Grund der vorangehenden Erwärmung der Energieaufwand geringer ist. Das extrudierte Material wird zu Fasern, Folien u. a. ausgezogen.

Nach einem anderen Verfahren werden PET-Gegenstände zu Flakes zerkleinert, getrocknet und anschliessend in einem Zwei-Wellen-Extruder extrudiert und nachfolgend granuliert. Das Granulat wird kristallisiert und später diskontinuierlich einer SSP-Behandlung unterworfen.

Nach einem Verfahren gemäss US-PS 5876644 folgt dem reinigen, mahlen, aufschmelzen und extrudieren von RPET ein Mischen mit einer frischen Schmelze von Polyester-Prepolymer. Dieses Gemisch wird pelletiert und weiter polymerisiert.

Das US-PS 5899392 offenbart ein Verfahren zum dekontaminieren von fein gemahlenem RPET bevorzugt unter Erwärmung in heissem Gas, zum Beispiel Stickstoff. RPET-Flakes werden zu Partikeln wesentlich kleiner als 0,25 cm vermahlen. Ein dekontaminieren soll auch durch einlegen der fein gemahlenen Partikel in eine flüssige Lösung möglich sein.

Nach einem so genannten URRC-Verfahren werden PET-Flakes zunächst mit NaOH genetzt und danach in einem Drehrohrofen bei hoher Temperatur während einiger Stunden behandelt. Oberflächennahe Schichten der Flakes werden hierbei abgeätzt. Dies stellt eine gewisse Abkehr von den vorgenannten Verfahren dar, doch ist hier neben dem Materialverlust durch das Ätzen auch ein Entsorgungsproblem der Reststoffe zu sehen.

Der verfahrens- und gerätetechnische Aufwand dieses Standes der Technik zur Dekontamination von RPET ist hoch.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Dekontamination von RPET zu entwickeln, das die Nachteile des Standes der Technik vermeidet und kontinuierlich ausgeführt werden kann. Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt mit den kennzeichnenden Merkmalen des Anspruchs 1. Eine weitere Aufgabe der Erfindung besteht darin, eine geeignete Vorrichtung zur Dekontamination von RPET in Ausführung des Verfahrens gemäss Anspruch 1 zu schaffen. Dies erfolgt mit den Mitteln der kennzeichnenden Merkmale des Anspruchs 11. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind in den jeweiligen Unteransprüchen offenbart.

Der Erfindung liegt die Erkenntnis zugrunde, dass die Kontaminanten nicht gleichmässig über das RPET verteilt sind und zudem vorrangig auf der Oberfläche bzw. oberflächennahen Bereichen vorliegen. Dies ermöglicht es dann, das Reinigungspotenzial von Behandlungsverfahren im heissen Gasstrom besser zu nutzen. Im Normalfall ist daher eine Kristallisation und/oder SSP-Behandlung ausreichend, um RPET lebensmitteltauglich zu reinigen und erneut als Verpackung für Lebensmittel, zum Beispiel für Getränkeflaschen zu verwenden.

Bevorzugt erfolgt die Dekontamination kontinuierlich im heissen Gasstrom eines Kristallisations- und/oder SSP-Prozesses, was die weitgehende Verwendung üblicher, grundlegender Einrichtungen und Verfahrensabläufe zur Kristallisation und Nachkondensation (einschliesslich Erhöhung des I.V.-Wertes) von PET und dergleichen in fester Phase ermöglicht. Derartige Vorrichtungen sind zum Beispiel in der EP-A-379684 beschrieben, wobei erfindungsgemäss eine Verkürzung auf einen 3-stufigen Prozess gegeben sein kann. Kann bei Temperaturen bis ca. 180°C Luft verwendet werden, so kommt bei Temperaturen ab bzw. oberhalb 180°C Stickstoff als Heissgas zur Anwendung.

Die Dekontamination von PET kann damit in eine SSP-Anlage bzw. einen SSP-Prozess insgesamt integriert werden. Teilprozesse können möglichst ohne Zwischenkühlung und damit energiesparend erfolgen.

Werden Polymer-Flakes nach dem Aufheizen einer Farbsortierung mit einfachen optischen Mitteln unterzogen, so kann auf einfache Weise eine genaue Stofftrennung erfolgen, was eine sortengerechte bzw. sortenreine Weiterverarbeitung ermöglicht. So verfärbt sich PET bei Erwärmung auf etwa Kristallisationstemperatur kaum, PVC werden schwarz und andere werden braun. Eine solche Farbsortierung kann vor oder nach einer Kristallisation oder Nachkondensation erfolgen, bei Bedarf kann die Erwärmung in einer gesonderten Einrichtung, zum Beispiel in einem Fliess- oder Wirbelbett erfolgen.

Untersuchungen der Anmelderin ergaben eine Bestätigung der vorgenannten Annahme. Eine Kristallisation und/oder Nachkondensation ergeben in Abhängigkeit von Temperatur und Verweilzeit eine Reinigungseffizienz von mindestens 99 %. Derart hohe Werte können selbst bei relativ kurzen Verweilzeiten von ca. 2 h und einer Temperatur von ca. 190°C oder 20 Minuten bei einer Temperatur von 210°C erzielt werden, was auf eine oberflächennahe Kontamination hinweist. Hingegen ergab sich bei einer vorherigen Extrusion des PET eine Verringerung der Konzentration der Kontaminanten (wie auch bei der Kristallisation), doch werden diese zugleich homogener und auch in tieferliegenden Schichten verteilt, so dass die Diffusionswege steigen und die Dekontaminationseffizienz in einer Kristallisation und/oder Nachkondensation zumindest teilweise sinkt.

Aus den Untersuchungen ist ersichtlich, dass die Kontamination hauptsächlich an der Oberfläche stattfindet und selbst bei teilweiser Diffusion in tiefer gelegene Schichten ein starker Konzentrationsgradient im Material besteht. Kontaminanten können mit grösster Effizienz ohne vorhergehende Homogenisierung aus den oberflächennahen Schichten der RPET-Flakes entfernt werden.

Die Erfindung wird nachfolgend in einem Ausführungsbeispiel an Hand einer Zeichnung näher beschrieben. Die Zeichnung zeigt eine Ausführungsform einer Dekontamination von PET mit Kristallisation und SSP.

Handelsübliche post-consumer PET-Flaschen (RPET) werden dem nachfolgenden Recycling-Prozess unterzogen. Die Zerkleinerung der Flaschen zu Flakes kann oft schon beim Einzelhandel oder in Sammelzentren erfolgen. Die Flakes werden zunächst in üblicher Weise gewaschen und oberflächlich getrocknet. Anschliessend gelangen die Fla-

kes direkt in einen Kristallisator 1, hier ein Wirbelbett, Typ OTWG der Anmelderin. Bei einer Gastemperatur (Luft) von 180°C wird das Material während einer Verweilzeit von ca. 20 Minuten kristallisiert. Danach gelangen die Flakes direkt in einen Schachtreaktor 2, wo sie während mindestens 2 h im Gegenstrom zu einem N<sub>2</sub>-Gasstrom (Temperatur ca. 220°C) kontinuierlich nachkondensiert werden. Erzielt wird hierbei ein I.V.-Wert von ca. 0,78 bis 0.84. Anschliessend gelangt das dekontaminierte RPET in einen Kühler 3. Die Reinigungseffizienz beträgt mindestens 99,6 % bis >99,9 % bezogen auf Toluol. Auch Chlorbenzol oder Benzophenon u. a. können ebenso effizient entfernt werden. Bei Notwendigkeit kann vor dem Schachtreaktor 2 noch ein Vorerhitzer vorgesehen sein oder die Kristallisation kann bei höherer Temperatur unter Inertgas (bevorzugt N<sub>2</sub>) erfolgen und ebenso kann auf eine vorherige Kristallisation verzichtet werden. Ebenso könnte anstelle des Kühlers ein Extruder 4 angeordnet sein.

Nach einem weiteren Ausführungsbeispiel werden oberflächlich gereinigte Flakes im Kristallisator 1 ca. 20 Minuten lang bei einer Temperatur von ca. 210°C im Inertgasstrom kristallisiert. Die kristallisierten Flakes gelangen dann direkt in den Kühler 3 oder werden in einem separaten Bereich im Kristallisator 1 abgekühlt. Anstelle des Kühlers 3 kann ein Extruder 4 angeordnet sein. Bezogen auf Toluol ist ebenfalls eine Reinigungseffizienz grösser 99 % festzustellen.

Im Vergleich zeigt die Nachkondensation ohne eine vorherige Extrusion eine sehr gute Reinigungseffizienz, so dass daher auf eine vorherige Regranulierung des PET-Materials verzichtet werden kann bzw. unter dem Gesichtspunkt der Dekontamination darauf verzichtet werden sollte.

Dennoch kann eine auf die Nachkondensation folgende Extrusion sinnvoll sein, zum Beispiel zum entfernen von nicht schmelzenden Substanzen mit Hilfe eines Schmelzfilters. Bei einer Extrusion und Granulation muss ein freiwerden von Azetaldehyd hingenommen werden, welches jedoch durch die Zugabe geeigneter Additive gebunden werden kann. Bei geeigneter Zugabe reaktiver Komponenten zur Erhöhung des I.V.-Wertes (sowie weiterer Additive) kann ggf. auf eine Nachkondensation verzichtet werden.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Dekontamination von Polykondensaten, wie zum Beispiel RPET oder dergleichen Polymere, beginnend gegebenenfalls mit einem Vorsortieren, Reinigen und Zerkleinern des kontaminierten Materials zu Flakes oder dergleichen, gefolgt von einem weiteren Schritt der Dekontamination, dadurch gekennzeichnet, dass Flakes während dieses Schrittes der Dekontamination kontinuierlich und in ausreichender Weise von einem heißen Gasstrom (Gasüberschuss) durchströmt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Kristallisation der Flakes bei einer Temperatur von mindestens 200°C während mindestens 15 Minuten erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Nachkondensation in fester Phase (SSP) bei einer Temperatur von mindestens 180°C in einem inerten Gasstrom während mindestens 2 h erfolgt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass der weitere Schritt zur Dekontamination ein Kristallisieren, gefolgt von einer Nachkondensation in fester Phase umfasst.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass auf die Kristallisation und/oder Nachkondensation ein Extrudieren folgt und die nachkondensierten, aufgeschmolzenen Polykondensate granuliert werden.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass nicht schmelzende Substanzen in einem Schmelzefilter von dem nachkondensierten, aufgeschmolzenen Polykondensat abgetrennt werden.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die gereinigten Flakes erwärmt und einer optischen Farbsortierung unterzogen werden.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die kristallisierten und/oder nachkondensierten Flakes direkt und ohne Kühlung einer Spritzgieseinrichtung zugeführt werden.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die nachkondensierten Flakes einer Oberflächenätzung unterzogen werden.

10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Flakes vor dem weiteren Schritt der Dekontamination oberflächlich gereinigt werden.

11. Vorrichtung zur Durchführung eines Verfahrens nach Anspruch 1, enthaltend eine Einrichtung zum zerkleinern von Gegenständen aus einem Polykondensat zu Flakes und eine Einrichtung zum reinigen dieser Flakes sowie mindestens eine weitere Einrichtung zur Dekontamination, dadurch gekennzeichnet, dass die Einrichtung zur weiteren Dekontamination ein Schachtreaktor (2) zur Nachkondensation in fester Phase ist.

12. Vorrichtung zur Durchführung eines Verfahrens nach Anspruch 1, enthaltend eine Einrichtung zum zerkleinern von Gegenständen aus einem Polykondensat zu Flakes und eine Einrichtung zum reinigen dieser Flakes sowie mindestens eine weitere Einrichtung zur Dekontamination, dadurch gekennzeichnet, dass die Einrichtung zur weiteren Dekontamination ein Kristallisator (1) ist.

13. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass dem Schachtreaktor (2) ein Kristallisator (1) vorgeschaltet ist.

14. Vorrichtung nach Anspruch 12 oder 13, dadurch gekennzeichnet, dass der Kristallisator (1) ein Wirbelbett ist.



15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche der 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass der weiteren Einrichtung zur Dekontamination ein Kühler (3) und/oder ein Extruder (4) nachgeordnet ist.

### Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Dekontamination von Polykondensaten wie zum Beispiel RPET oder dergleichen polymerer Werkstoffe, insbesondere PET-Flaschengranulat.

Die Aufgabe besteht darin, bestehende Recycling-Prozesse zu vereinfachen. Dies ist dadurch gelöst, dass benutzte PET-Gegenstände zu Flakes zerkleinert und diese Flakes gereinigt werden. Die Flakes werden unmittelbar und kontinuierlich im heissen Gasstrom weiter dekontaminiert.

(Fig.)

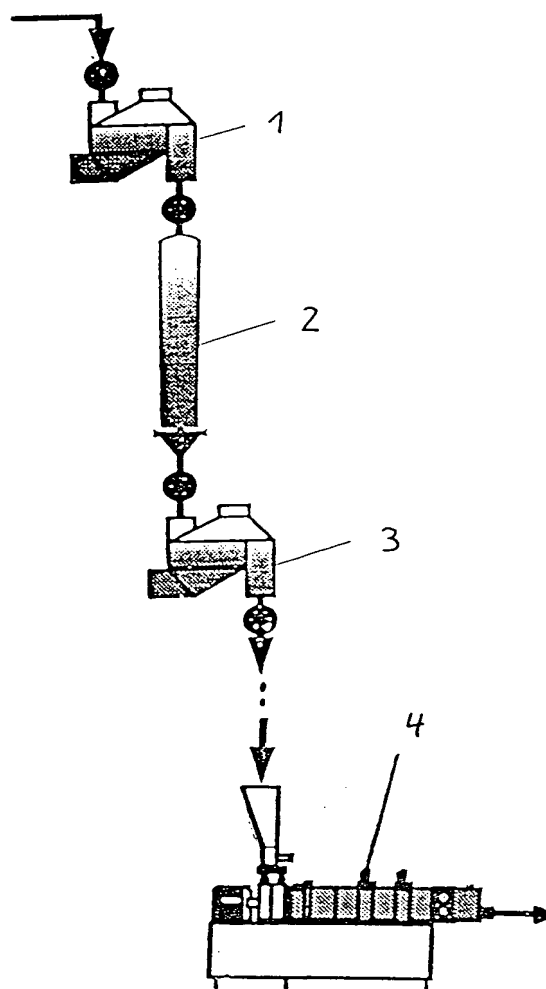


FIG. 1

